

特集 複合磁性材料の強磁性化に及ぼす圧延方向と 応力除去焼鈍の影響

Effect of Rolling Direction and Stress-Relief Annealing on Ferromagnetic Property In Composite Magnetic Material

杉山 聡 石川孝司 竹ノ内省一 大久保不二男 殿畑勇飛
Satoshi SUGIYAMA Takashi ISHIKAWA Syouchi TAKENOUCI Fujio OKUBO Yuuhi TONOHATA

In the press-forming of a ferromagnetic/nonmagnetic composite material, the process of obtaining a ferromagnetic property was developed using the deformation-induced martensitic transformation taking place in 304 austenitic stainless steel. The partial application of induction heat treatment, causing a portion to return to the nonmagnetic state, yields a one-piece part comprising nonmagnetic and ferromagnetic portions. Without an increase in the volume fraction of martensite, the ferromagnetic property of the magnetic flux density $B4K$ (induction at H of 4000A/m) was improved for the advantageous rolling direction and the stress-relief annealing. When the prior annealing temperature was about 700K the magnetic flux density along the rolling direction that has no connection with the former rolling direction had maximum value, and it conformed to a (2 0 0) texture. With no stress-relief annealing, the magnetic flux density had minimum value due to residual stress. Through experiments based on this assessment, a magnetic circuit matched in the magnetically easy direction shall be designed.

Key words : Rolling, Forming property, Rolling direction, Stress-relief annealing, Ferromagnetic property

1. 緒言

近年、安全・環境・省エネルギーの観点から、自動車部品においても高機能を有する複合材料に対するニーズが拡大してきた。電磁弁・回転機などの自動車部品は、磁気を生じさせるコイルと磁路を構成する強磁性、磁路を遮断する非磁性からなる。強磁性、非磁性を適正に配置することによって、吸引力の高い、エネルギー効率の良い磁気回路の形成が可能になる。そして、これにより応答性に優れた自動車部品の小型・軽量化が実現できる。

著者らは先に複合磁性一体成形部品の製造方法を開発し、実用化している¹⁾(Fig.1)。まず非磁性のSUS304系オーステナイト系ステンレス鋼にプレス加工を施すことにより、加工誘起マルテンサイト変態させて全体を強磁性にする。その後高周波熱処理で任意の部位を非磁性に戻すことで、非磁性と強磁性が共存する一体成形部品が得られる。加工中の温度を抑制しながらひずみを加えることで、マルテンサイト変態を促進し、強磁性化を図ることを提案した。幅広く磁気回路製品へ適用するには、より高い強磁性を要するが、部品寸法によっては必要なひずみが加えられず、

マルテンサイト変態を促進できない。

また変態の促進は材料の脆化を招き、割れ感受性の増大から制限を受ける²⁾ことから、単に変態を促進することを考慮することは良いとはいえない。同じマルテンサイト量でも、従来よりも優れた強磁性を発揮させることが望まれる。

磁気工学の理論において、磁壁エネルギーは(1)式で示すことができる³⁾。

$$U_w = c \left(K + \frac{3}{2} \right) \quad (1)$$

U_w : 磁壁エネルギー K : 磁気異方性
: 残留応力 c , γ : 材料定数

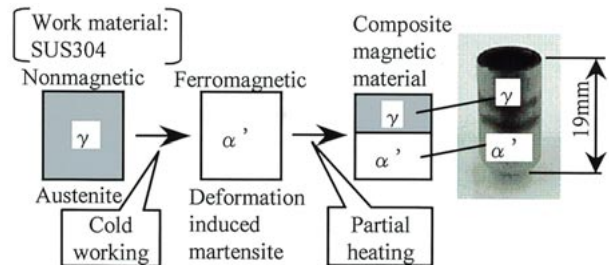


Fig.1 Composite magnetic material¹⁾

* (社)日本塑性加工学会の了解を得て、“塑性と加工”

第42巻 第488号(2001.9)より一部加筆して転載

磁壁エネルギーは、磁気異方性や残留応力の影響を受け、それが低いほど、材料は磁化しやすく優れた強磁性を示す。

本報では、一般の磁性材料で強磁性化に有効とされている応力除去焼鈍⁴⁾⁵⁾の影響と、圧延によって発生する磁気異方性⁶⁾の影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材の化学組成は、SUS304をベースにオーステナイトの安定度を示す平山の当量⁷⁾で20.6のものを使用した。供試材の化学組成をTable 1に示す。

Table 1 Chemical composition of work material (mass%)

C	Cr	Ni	Si	Mn	Fe
0.026	17.8	8.28	0.20	0.38	Bal.

供試材は溶解した後、50mmから2.5mmの板厚まで熱間圧延し固溶化熱処理する。さらに1.2mmの板厚まで冷間圧延した後、固溶化熱処理した。

2.2 ブランキング

Fig. 2に供試材の圧延方向 R_0D に対して、 $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 方向にブランキングした試験片の形状を示す。加工はクリアランス5%の総抜き型で機械プレスを使用し、寸法は50mm×20mmの一定とした。

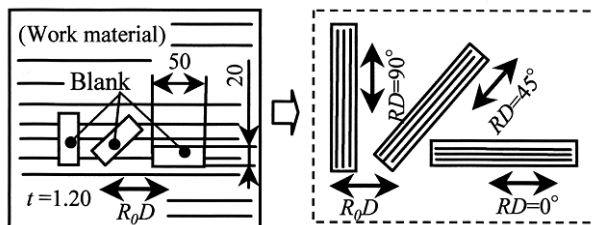


Fig.2 Blanking and rolling directions

2.3 圧延・応力除去焼鈍

Fig.2に示した供試材の圧延方向(R_0D)に対してさらに $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 方向に圧延(RD)し、それぞれ応力除去焼鈍した。Table 2に圧延と焼鈍の条件を示す。2段圧延機を用い、圧延時の温度上昇を抑制するため、圧延速度を107mm/sに抑え、1パスの圧延量を0.02~0.03mmとした。1パスごとに圧延直後の試験片温度をチェックしたが、310Kに満たない程度で、室温300Kに対して温度上昇が微少であることを確認した。供試材を通すローラとローラの間を、1パスの圧延量になるように圧延機についているダイヤル式の見盛

Table 2 Experimental condition of rolling and annealing

Testing machine	Two-high cold strip mill (Max 300kN)
Rolling speed	107mm/s
Initial thickness t_0	1.20mm
Reduction in thickness	0.02-0.03mm/pass
Equivalent strain ϵ	0.35(0.89t), 0.47(0.80t), 0.59(0.72t), 0.69(0.66t), 0.80(0.60t)
Annealing temperature	623K, 673K, 698K, 723K, (Stress relieve annealing)
	748K(Treatment time 2hours in air)

りでセットする。セットした状態ですべての供試材を圧延した後、次の1パスの圧延量になるように、再度圧延機についているダイヤル式の見盛りでセットする。所定の板厚に達したら試験片を抜き取りながら、1.2mmの供試材を0.6mmまで圧延した。圧延前の板厚 t_0 、圧延後の板厚 t をポイントマイクロメータで実測し、相当ひずみを求めた。

続いて圧延した試験片を大気中で2h、所定の温度で応力除去焼鈍した。焼鈍温度は文献⁸⁾を参考に、変態点以下の温度に設定した。

2.4 フェライトスコープでの測定

圧延、焼鈍した試験片はフェライトスコープ(Feritscope, Fischer社)を用いて、測定値をチェックした。フェライトスコープはプローブを試験片にあてて、板厚方向に発生する渦電流によりフェライト体積率に相当する値を表示するもので、強磁性化するほど測定値が上昇する。

2.5 X線回折での測定

圧延、焼鈍した試験片をピクリン酸溶液によりエッチングし、金属顕微鏡で圧延した表面の組織を観察した。

また圧延した表面をTable 3に示す条件でX線回折を行い、 2θ で 28.652° 付近に現れる γ -Fe(200)面の極点図を作成した。

Table 3 X-ray diffraction condition

Measurement object	Pole figure
Method	Schulz's reflection method
X-ray target	MoK α (60kV, 40mA)
Scan range	$\alpha: 15.0^\circ \sim 90^\circ, \beta: 0^\circ \sim 360^\circ$

2.6 B-Hトレーサでの測定

各々の圧延(RD)に対して $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 方向(SD)に、楕円形状にワイヤーカットし(Fig.3)、B-Hトレ

ーサで磁束密度を測定した。

切り出したサンプルはFig.4 に示すように、ニクロム線で1次、2次側の巻き線をした。変圧器と同様、電磁誘導の原理によって2次側に電圧が発生し、1次側との電圧により磁束密度を測定した。磁場の強さ $H=4000A/m$ のときの磁束密度 $B4K$ (T) を強磁性の尺度とした。

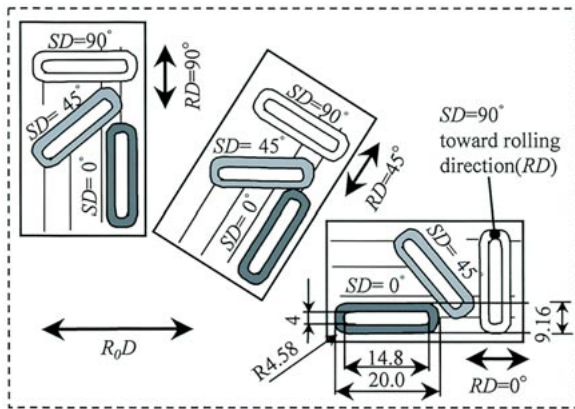


Fig.3 Specimen for magnetic measurement

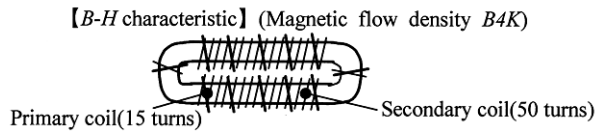


Fig.4 Coiling condition

3. 実験結果および考察

3.1 フェライトスコープでの測定結果

供試材の圧延方向 (R_0D) と同一方向に圧延 ($RD=0^\circ$), 焼鈍した試験片を、フェライトスコープで測定した。測定結果をFig.5 に示す。

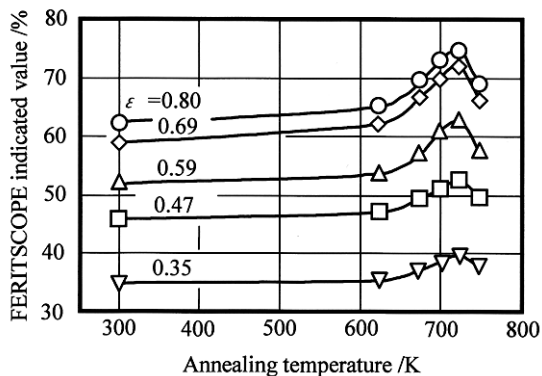


Fig.5 Effect of annealing temperature on ferromagnetic property ($R_0D=0^\circ$)

ひずみが0.35から0.80に増えるのに応じて、フェラ

イトスコープでの測定値も上昇する。これは圧延でのひずみによって単純にマルテンサイト変態量が増加したためである。

次に圧延した試験片を623K-748Kで応力除去焼鈍すると、どのひずみレベルでも、フェライトスコープでの測定値は上昇し、723Kで最大となった。他の磁性材料においても、適正な焼鈍温度により磁束密度の向上は報告されており⁵⁾、応力除去焼鈍によって圧延材に蓄積された残留応力が除去されたことによって、強磁性が向上したものと考え³⁾。

3.2 X線回折での測定結果

Fig.6にエッチング後の供試材の表面写真を示す。固溶化熱処理によって、粒度番号9前後のオーステナイト組織になっている。供試材の圧延方向 (R_0D) に対して、結晶粒の変形は観察されなかった。

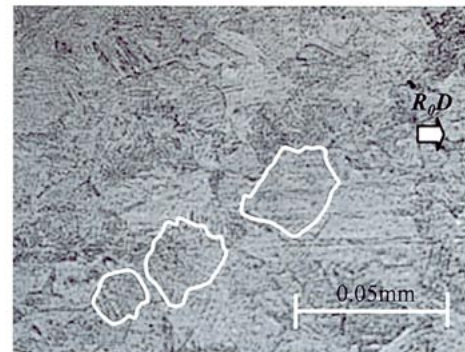
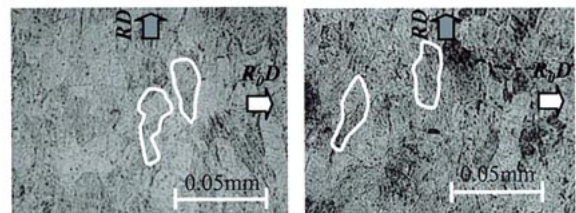


Fig.6 Feature of work material surface

Fig.7 (a)(b)は供試材の圧延方向 (R_0D) に対して、圧延で 90° 方向に0.69のひずみを加えた後と、723Kで応力除去焼鈍した後の材料表面写真を示す。圧延の方向 (RD) に対して、結晶粒の伸長が観察される。焼鈍しても結晶粒の変化は見られなかった。



(a) $RD=90^\circ$ as rolled (b) $RD=90^\circ$ annealed

Fig.7 Feature of rolling surface

(Equivalent strain = 0.69, Annealing temperature = 723K)

Fig.8は圧延で0.69のひずみを加えた後と、723Kで焼鈍した後の板面をX線回折し、求めた極点図を示す。圧延によって集合組織が形成され、供試材の圧延方向

(R_0D) の方向に関係なく、圧延の方向 (RD) に (112) $\langle 011 \rangle$ 方位が観察された。焼鈍後も圧延後と同様の方位が観察された。

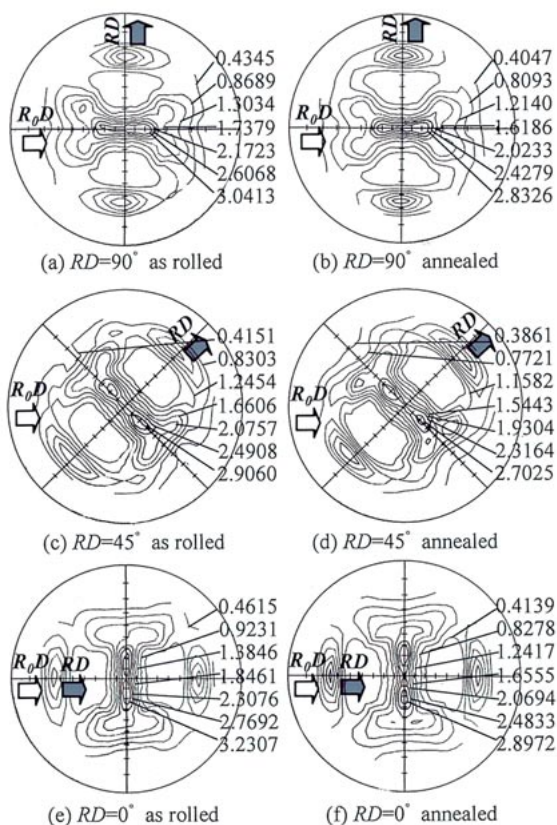


Fig.8 (200) pole figures of α phase (Equivalent strain = 0.69, Annealing temperature = 723K)

3.3 B-Hトレーサでの測定結果

Fig.9は圧延で0.47,0.69,0.80の各ひずみを加えた後と、723Kで焼鈍した後の磁束密度の測定結果を示す。供試材の圧延方向 (R_0D) に対して $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 方向に圧延 (RD)、圧延に対して $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 方向にワイヤーカット (SD) したものについて、ひずみ、焼鈍条件とも各々9つの磁束密度を表示する。

測定に先立ち、Fig.4で示す巻き線した試験片について、測定の繰り返し精度を確認した。5回行ったが磁束密度のバラツキは2-3%程度だった。また巻き線をしたエナメル線を一旦取り除いて、再度巻き線をして測定し直したところ、磁束密度の差は1%程度だった。以上から圧延の方向 (RD) とワイヤーカットの方向 (SD) に対して、有意性を判定するには支障がないと判断した。

Fig.9より、ひずみが増加および焼鈍によって、磁束密度は増加した。これはFig.5と同様の傾向であり、

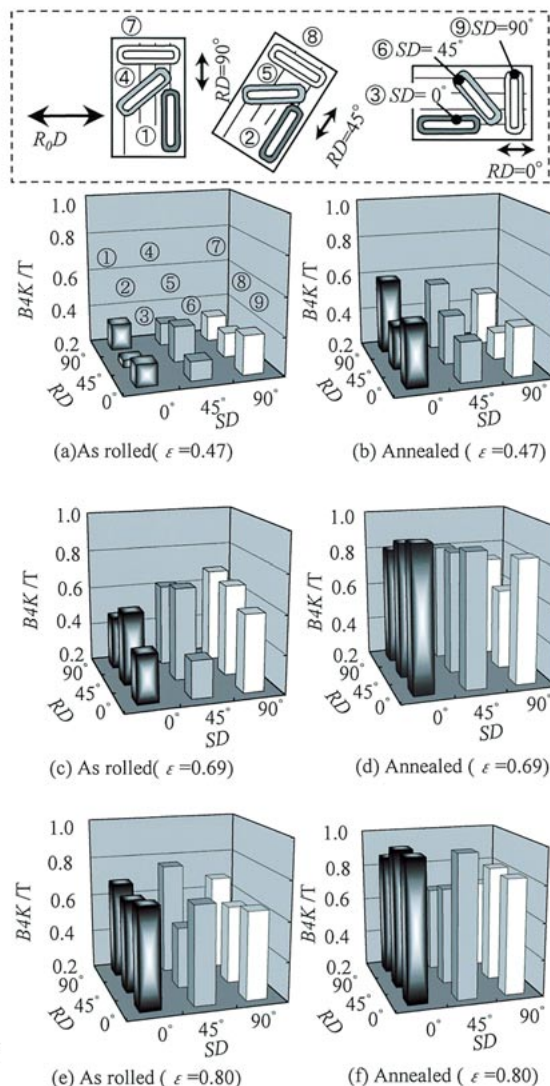


Fig.9 Magnetic flux density $B4K$ (Induction at H of 4000A/m) (Annealing temperature = 723K)

磁束密度の増加によってフェライトスコープの測定値が上昇したという所見と一致した。

集合組織の優先方位であるワイヤーカットの方向 (SD) が 0° の方向と、 $45^\circ, 90^\circ$ の方向の磁束密度を比較した。

各方向での焼鈍前後での磁束密度の変化量 $B4K$ を調査した (Fig.10)。変化量 $B4K$ は正が磁束密度の増加、負が磁束密度の減少を表す。各方向において焼鈍により磁束密度は上昇するが、 SD が 0° の方向が、 $45^\circ, 90^\circ$ のものと比較して $B4K$ の増加が大きくなった。

Fig.11は、圧延、焼鈍後それぞれについてワイヤーカットの方向 (SD) が 0° の方向 ($B4K$) と $45^\circ, 90^\circ$ ($B4K$) の方向の磁束密度の平均値の比をとり、1を引いた を百分率で示した。

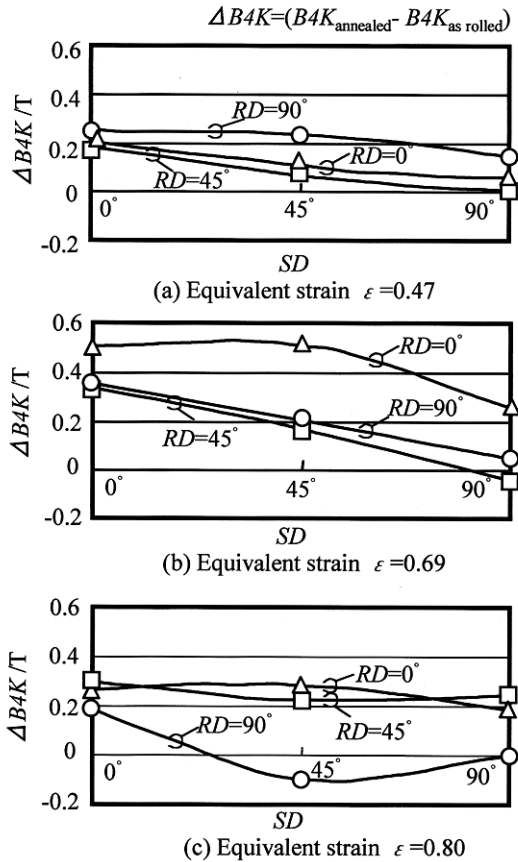


Fig.10 Effect of annealing on magnetic flux density B_{4K} (Annealing temperature = 723K)

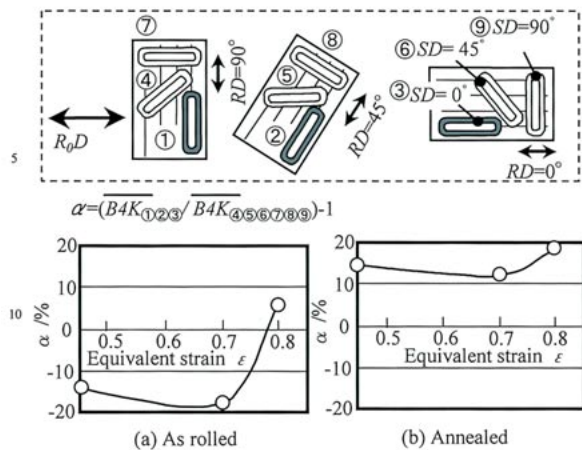


Fig.11 Effect of rolling direction on magnetic flux density B_{4K} (Annealing temperature = 723K)

圧延後は、0.47、0.69のひずみでSDが0°の方向が45°、90°のものと比較して磁束密度は小さくなった。圧延によって発生した残留応力があると、SDが0°の方向であっても必ずしも磁束密度は大きくならない (Fig.11(a)).

焼鈍後は、いずれのひずみにおいても、SDが0°の

方向が45°、90°のものと比較して磁束密度は大きくなることわかった (Fig.11(b)).

従来複合磁性の一体成形部品は、部品加工後焼鈍をせずに製品に組付けて、SDが0°の方向を磁気回路として使用していた。焼鈍することによって、ひずみが0.6から0.7以下の圧延では-15%~-20% (Fig.11(a))から、10%~15% (Fig.11(b))になり、約30%磁束密度の向上が期待できる。同様にひずみがおよそ0.7以上では約15%程度の磁束密度の向上が期待できる。

最後に供試材 (R_0D) の影響があるかを調査した (Fig.12)。 R_0D の方向 (B_{4K}) とその他の方向 (B_{4K}) の磁束密度の平均値の比をとり、1を引いたを百分率で示した。

圧延後、焼鈍後とも、0.47、0.69のひずみで R_0D の方向が他の方向と比較して磁束密度はやや高かった。 Fig.6の写真で、供試材は固溶化熱処理をされており、結晶粒の変形は観察されなかったが、供試材を圧延したときの、磁気異方性の影響が残っている。

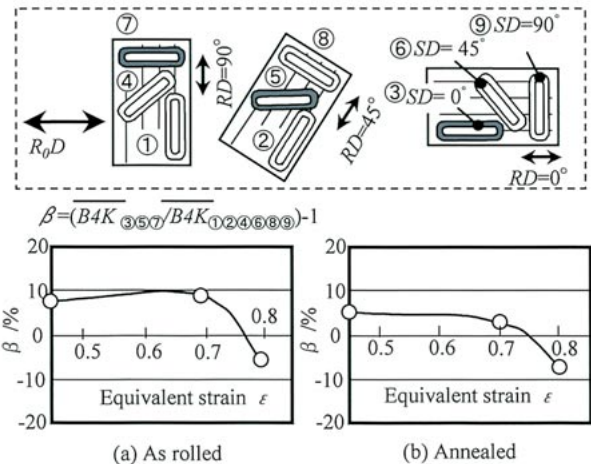


Fig.12 Effect of raw material on magnetic flux density B_{4K} (Annealing temperature = 723K)

4. 結言

複合磁性材料の強磁性化において、磁気回路製品への適用拡大と割れ感受性の低減を目的に、マルテンサイト変態量は同じで、磁束密度が向上する方法を検討した。オーステナイト系ステンレス鋼の圧延と応力除去焼鈍の実験により以下のことが明らかになった。

- (1) 圧延すると集合組織が形成される。圧延後応力除去焼鈍することによって、圧延方向の磁束密度が高くなる。

(2) ひずみが0.6から0.7以下の圧延において、応力除去焼鈍しないと、圧延方向の磁束密度は他の方向に対して相対的に低くなる。

(3) ひずみが0.6から0.7以下の圧延において、供試材の圧延方向の磁束密度は他の方向に対して相対的に高い。

最後に試験にご協力いただいた日立金属(株)並びに当社、材料技術部に感謝します。

<参考文献>

- 1) 杉山聡・石川孝司・中西広吉：塑性と加工，41-469 (2000)，pp.141-145.
- 2) 荒川基彦・住友秀彦：塑性と加工，19-205 (1978)，pp.148-155.
- 3) 太田恵造：磁気工学の基礎，共立出版株式会社，(1973)，pp.295-318.
- 4) (社)日本熱処理技術協会・日本金属熱処理工業会：熱処理技術入門，株式会社大河出版，(1974)，pp.22-32.
- 5) 金属熱処理技術便覧編集委員会：金属熱処理技術便覧，日刊工業新聞社，(1961)，pp.551-604.
- 6) 竹内伸・井野博満・古林英一：金属材料の物理，日刊工業新聞社，(1992)，pp.175-327.
- 7) 平山俊成：日本金属学会誌，35-5 (1971)，pp.447-451.
- 8) (社)日本熱処理技術協会：特殊鋼の熱処理，日刊工業新聞社，(1970)，pp.247-249.



<著者>



杉山 聡
(すぎやま さとし)

生産技術開発部 工学博士
プレス・塑性加工に関する生産技術開発に従事



石川 孝司
(いしかわ たかし)

名古屋大学大学院工学研究科
材料プロセス学専攻教授 工学博士
塑性加工学，特に鍛造・圧延加工の高精度化，高品質化に関する研究に従事



竹ノ内 省一
(たけのうち しょういち)

生産技術開発部
部品加工に関する生産技術開発に従事



大久保 不二男
(おおくぼ ふじお)

㈱野口製作所
生産技術部
プレス加工に関する生産技術開発に従事



殿畑 勇飛
(とのはた ゆうひ)

名古屋大学大学院工学研究科
材料プロセス工学専攻
塑性加工・圧延に関する研究に従事